

## 問題 P1 ポリヨウ化物塩の合成と分析

ヨウ素が連鎖結合するという性質は、ヨウ化物イオンとヨウ素を含む溶液から結晶化してくる多数のポリヨウ化物によってはっきりと示される。その結晶の化学量論とポリハロゲン化物の詳細な構造は、成分の相対的な濃度と陽イオンの性質にとっても敏感に依存する。

この実験では、まず化学形が $\text{Me}_4\text{N}^+\text{I}_n^-$  ( $n = 3, 5 \text{ or } 7$ )のポリヨウ化物の第4級アンモニウム塩を合成し、結晶化させる。その後、陰イオン中のヨウ素の量を、チオ硫酸ナトリウムを用いて滴定する。この分析結果から、塩の中に存在する陰イオンがどれか決めることができる。

### 実験

組成が異なる二つの塩、AとBを、下表に示したように、異なる量の原料を使って作る。どちらか一方または両方の実験を行うこと。

	塩 A	塩 B
<b>NMe<sub>4</sub>I の質量 / g</b>	1.00	0.50
<b>ヨウ素の質量 / g</b>	1.26	1.26

### 合成

1. エタノール 25 cm<sup>3</sup>と磁気攪拌棒が入った 100 cm<sup>3</sup> ビーカーにヨウ素を加える。すべてのヨウ素が溶けるまで、溶液を加熱・攪拌し、その後ヨウ化テトラメチルアンモニウムを加える。白い固形物が無くなるまで、穏やかに加熱しながら、攪拌を続ける。どの時点においても、溶液を沸騰させてはいけない。
2. 溶液を放置し室温になるまでゆっくり冷まし、最後におよそ 15 - 20 分間氷浴中に浸ける。
3. 生成物を吸引して集め(Hirsch funnel (=桐山ロート)を使用), 使い捨てピペットを用いて、ロート上でその生成物を冷エタノール(10 cm<sup>3</sup>)で洗い、つづけてエーテル(10 cm<sup>3</sup>)で洗う。
4. 生成物を乾かすために、ロート上で数分間放置する。その後、結晶をろ紙に移す。デシケーターに入れ、減圧乾燥する。

## 分析

5. 小数点以下第 4 位まで量れる天秤を用いて、およそ 0.5 g の生成物を船形秤量皿に量り取る。質量は正確に記録すること。
6. 洗ビンの蒸留水を用い、量り取った生成物のすべてを 250 cm<sup>3</sup> のビンに注意深く移す。
7. おおよそ 25 cm<sup>3</sup> のジクロロメタンを加え、栓を元に戻し、ヨウ素を有機層に抽出するために振る。<※訳者注：ここでの栓(stopper)とは 6 の 250 cm<sup>3</sup> のビン(250 cm<sup>3</sup> bottle)の栓と思われる。つまり、この実験では栓付きのビンを用いる必要がある。>
8. 小さなガラスロートを用い、チオ硫酸ナトリウム水溶液(0.100M)を 50 cm<sup>3</sup>ビュレットに満たす。
9. ロートをはずし、ビュレットから少量ずつチオ硫酸ナトリウム水溶液を加え、栓をし、ビンを振ることで、ヨウ素を滴定する。
10. 終点は非常にはっきりしており、ジクロロメタンからすべてのヨウ素の色が消えることでわかる。

## 問題

滴定の結果から、塩 A と B の化学式を求めよ。陰イオンの化学形は何か。

物質		R phrases	S phrases
ヨウ化テトラメチルアンモニウム	固体	36/37/38	26-36
ヨウ素	固体	20/21-50	23-25-61
チオ硫酸ナトリウム	0.1 M 溶液	36/37/38	24/25
ジクロロメタン	液体	40	23-24/25-36/37

(※訳者注：R phrase と S phrase は、別途示してある化合物の性質および操作上の注意点の参照部分を示している。)